

日本国特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

4
JC929 U.S. PTO
09/865571
05/29/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application:

2000年 5月29日

出願番号
Application Number:

特願2000-158089

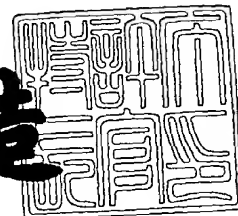
出願人
Applicant (s):

信越化学工業株式会社

2001年 3月 9日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3015856

【書類名】 特許願

【整理番号】 B119143P

【提出日】 平成12年 5月29日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G02B 6/22

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 牧川 新二

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 青井 浩

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 城田 政明

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 江島 正毅

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代表者】 金川 千尋

【代理人】

【識別番号】 100088306

【弁理士】

【氏名又は名称】 小宮 良雄

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014719

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9100514

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光導波路基板の製造装置および製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 石英膜を表面に形成するシリコン基板が内部に載置されている炉心管の外周に加熱炉が配置され、該シリコン基板を酸化する酸化性ガスの供給管と排気管とが該炉心管に接続された光導波路基板の製造装置であって、過酸化水素水を気化させて該酸化性ガスを発生させる気化器が、該供給管に繋がっていることを特徴とする光導波路基板の製造装置。

【請求項 2】 該気化器には、該気化をさせる加熱装置が備えられていることを特徴とする請求項 1 に記載の光導波路基板の製造装置。

【請求項 3】 タンクに充填されている別な過酸化水素水を前記気化器へ補給する補給管が、該気化器に繋がっていることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の光導波路基板の製造装置。

【請求項 4】 石英膜を表面に形成させるシリコン基板を、外周に加熱炉の配置された炉心管の内部に載置した後、過酸化水素水を気化させることにより発生した酸化性ガスを炉心管に供給しつつ、加熱炉で加熱してシリコン基板の表面シリコンを該酸化性ガスで酸化する光導波路基板の製造方法。

【請求項 5】 該気化が、加熱によるものであることを特徴とする請求項 4 に記載の光導波路基板の製造方法。

【請求項 6】 該気化の加熱温度が 1 1 0 ～ 1 5 0 ℃であることを特徴とする請求項 5 に記載の光導波路基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、シリコン基板の表面を比較的厚く酸化して、光通信用の光導波路デバイスとして使用される光導波路基板を効率よく製造する装置、および製造する方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

光通信の導波路デバイスは、光導波路と半導体集積回路とが形成されている。

半導体集積回路はシリコン基板に形成される。半導体集積回路に必要とされる酸化膜は、膜厚が $0.2 \sim 3 \mu\text{m}$ 程度と薄い。一方、光導波路は石英基板上に形成される。石英基板はシリコン基板の表面に石英膜すなわち二酸化シリコンを形成したものである。この膜は光導波路のアンダクラッドとして光学的に機能するものであるから厚みが $5 \sim 30 \mu\text{m}$ 程度と、半導体集積回路の酸化膜に比べ非常に厚くする必要がある。

【 0 0 0 3 】

このような光導波路の石英膜や半導体集積回路の酸化膜を形成する方法のひとつとして、基板を構成するシリコンが酸素に対し高い親和力を有しているため容易に酸化されることを利用して、基板表面のシリコンを酸化し石英膜とする方法がある。

【 0 0 0 4 】

この方法には、例えばドライ酸素酸化法、ウェット酸化法、スチーム酸化法、水素燃焼酸化法、塩酸酸化法がある。酸素分圧を上げて酸化膜の形成時間を短縮するために高圧で酸化する方法、あるいはハロゲンガスや窒素酸化物の反応性の高い酸化性ガスで酸化する方法もある。

【 0 0 0 5 】

このうち、ウェット酸化法、スチーム酸化法、水素燃焼酸化法は、炉心管内でシリコン基板を高温に加熱しつつ常圧で水蒸気と接触させ、水蒸気が熱分解した反応性の高い酸素により、シリコン表面を酸化して石英膜を形成するもので、酸化速度が比較的速い。さらに毒性の強いハロゲンガス等の回収設備を必要とせず、炉心管を耐圧構造にする必要がないため、汎用されている。

【 0 0 0 6 】

半導体集積回路に必要な $0.2 \sim 3 \mu\text{m}$ の厚さの石英膜は、スチーム酸化法により例えば、 $10 \sim 1000$ 分間という比較的短時間 1200°C で水蒸気雰囲気曝すことで形成される。しかし、光導波路に汎用される $10 \sim 25 \mu\text{m}$ の石英膜を形成する際には、 $20000 \sim 125000$ 分もの長時間、 1200°C で水

蒸気雰囲気には曝す必要があるという問題があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は前記の課題を解決するためなされたもので、高温で水蒸気ガス雰囲気下にシリコン基板の表面を比較的厚く酸化して光導波路基板を製造する際、効率よく酸化するための光導波路基板の製造装置、および製造方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】

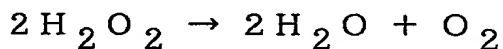
前記の目的を達成するためになされた本発明の光導波路基板の製造装置1は、石英膜を表面に形成するシリコン基板15が内部に載置されている炉心管18の外周に加熱炉17が配置され、シリコン基板15を酸化する酸化性ガスの供給管11と排気管20とが炉心管18に接続された光導波路基板の製造装置であって、過酸化水素水9を気化させて酸化性ガスを発生させる気化器10が、供給管11に繋がっている。

【0009】

気化器10には、気化をさせる加熱装置8が備えられていることで、好適に実施することができる。

【0010】

過酸化水素水を100℃以上で加熱することにより水蒸気ガスとともに蒸発した過酸化水素ガスが500℃以上の高温に加熱されると、下記化学式



で示されるように分解され、反応性の高い活性な酸素を生じる。

【0011】

過酸化水素ガスを含有する水蒸気ガス雰囲気の炉心管18を1000～1300℃に加熱すると、水蒸気ガスの分解によって生じた活性な酸素と、過酸化水素ガスの分解によって生じた活性な酸素との相乗効果により、シリコン基板の表面シリコンの酸化速度が速くなる。

【0012】

気化器 1 0 内の過酸化水素水 9 は、2 0 ～ 7 0 % の濃度であることが好ましい。2 0 % より薄いと水蒸気ガス中の過酸化水素ガス濃度が薄くなって反応速度を速めることができない。7 0 % よりも濃いと爆発の危険がある。3 0 ～ 6 0 % であると一層好ましい。

【 0 0 1 3 】

タンク 3 に充填されている別な過酸化水素水 2 を気化器 1 0 へ補給する補給管 5 が、気化器 1 0 に繋がっていることで好適に実施することができる。

【 0 0 1 4 】

同じ温度での蒸気圧は過酸化水素より水の方が高い。そのため気化器 1 0 で過酸化水素水 9 を加熱すると過酸化水素よりも水が多量に蒸発する。気化器 1 0 内の過酸化水素水 9 が次第に濃縮されてしまうことを防止するために、タンク 3 から約 1 5 % の過酸化水素水 2 を気化器 1 0 に補給する。所定量が補給されると、気化器 1 0 内の過酸化水素水 9 は一定濃度に維持される。

【 0 0 1 5 】

本発明の光導波路基板の製造方法は、石英膜を表面に形成させるシリコン基板 1 5 を、外周に加熱炉 1 7 の配置された炉心管 1 8 の内部に載置した後、過酸化水素水 9 を気化させることにより発生した酸化性ガスを炉心管 1 8 に供給しつつ、加熱炉 1 7 で加熱してシリコン基板 1 5 の表面シリコンを酸化性ガスで酸化するというものである。

【 0 0 1 6 】

この製造方法は、気化が加熱によるものであることで好適に実施することができる。気化の加熱温度は 1 1 0 ～ 1 5 0 ℃ であることが好ましく、1 2 0 ～ 1 4 0 ℃ であると一層好ましい。

【 0 0 1 7 】

光導波路基板の製造方法によれば、シリコン基板 1 5 の表面シリコンの酸化速度が、純粋な水蒸気ガスで酸化する場合に比べ速くなる。そのため光導波路基板の歩留まりが向上する。

【 0 0 1 8 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の好ましい実施の形態を、図面を参照して説明する。

図 1 は、本発明を適用する光導波路基板の製造装置 1 の概要図である。

【 0 0 1 9 】

この製造装置 1 は、耐熱性の強い炭化ケイ素製の炉心管 1 8 の外周に、加熱炉 1 7 が配置されたものである。炉心管 1 8 内面には、化学気相蒸着により数 μm の炭化ケイ素膜が施されている。炉心管 1 8 は一端が略封鎖されて、過酸化水素ガスの含有された水蒸気ガスを供給するための供給管 1 1 に接続している。ガス供給管 1 1 の経路途中に、ガスの供給を制御する開閉弁 1 2 が配置されている。ガス供給管 1 1 は気化器 1 0 に繋がっている。気化器 1 0 は、50%過酸化水素水 9 の入った容器 7 の外部に、加熱装置であるヒータ 8 が配置されたものである。容器 7 には、ガス供給管 1 1 と過酸化水素水補給管 5 との貫通した上蓋 6 が被されている。容器 7 内で、ガス供給管 1 1 の先端は過酸化水素水 9 の液面より高く配置され、過酸化水素水補給管 5 は先端が過酸化水素水 9 の液中に達している。過酸化水素水補給管 5 の他の一端は、タンク 3 へ挿入され、タンク 3 に充填された 15%過酸化水素水 2 にまで達している。この補給管 5 の経路途中には、ポンプ 4 が設けられている。

【 0 0 2 0 】

炉心管 1 8 の他の一端には、排気管 2 0 の取り付けられた蓋 1 9 が被されている。炉心管 1 8 内部に、熱伝対からなる温度センサ 1 4 が配置されている。温度センサ 1 4 は温度表示装置（不図示）に接続されている。炭化ケイ素製の試料台 1 6 に 3 本の切り込み溝が設けられている。この切り込み溝にシリコン基板 1 5 が挿されて載置された試料台 1 6 が炉心管 1 8 の内部に載置されている。炉心管 1 8 は、保護容器 1 3 に挿入されている。

【 0 0 2 1 】

光導波路基板は、この装置 1 を用い、以下のようにして製造される。

シリコン製の円板状の 3 枚のシリコン基板 1 5 を試料台 1 6 の切り込み溝に挿して等間隔に並べる。

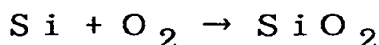
【 0 0 2 2 】

シリコン基板 1 5 に静電気で異物が付着することを防止するため、予め加熱炉

17により炉心管18をゆっくり加熱して、炉心管18内の温度を300～500℃とする。炉心管18の開放端から試料台16を挿入して炉心管18内に載置し、この開放端を蓋19で被う。さらに炉心管18を加熱し、炉心管18の内温が1000～1300℃の所定の温度になるまで加熱する。所定の温度に達したら、開閉弁12を開く。

【0023】

すると、予め気化器10のヒータ8を100～130℃にして容器7内の過酸化水素水9を加熱することにより気化した過酸化水素ガスの含有された水蒸気ガスが、ガス供給管11を経て炉心管18に流れ込む。炉心管18内は高温なので、水蒸気ガスは熱分解して活性な酸素を生じ、過酸化水素ガスも熱分解して活性な酸素を生じる。シリコン基板15の表面シリコンは、この酸素により下記化学式



のように酸化され、石英膜を形成する。

【0024】

予め気化器10の容器7内の過酸化水素水9をある一定の温度で加熱したときの過酸化水素水の濃縮速度を測定しておき、その濃縮速度をもとして、容器7内の過酸化水素水9を常時一定濃度にするために補給しなければならない所定濃度の過酸化水素水すなわち15%過酸化水素水の単位時間あたりの補給量が一義的に算出される。ポンプ4を駆動して、15%過酸化水素水2の充填されたタンク3から容器7内へ、算出された量の過酸化水素水2を補給する。

【0025】

所望の厚さの石英膜が形成されたら、開閉弁12を閉じて過酸化水素ガスの含有された水蒸気ガスの供給を停止する。同時にヒータ8による過酸化水素水の加熱と、タンク3からの過酸化水素水2の補給を停止する。炉心管18をゆっくり冷却する。試料台16を引き出し、シリコン基板の両表面に石英膜が形成された光導波路基板を得る。

【0026】

以下に、本発明を適用する製造装置を用い、光導波路基板を試作した例を実施

例 1 に記載する。また本発明を適用外の製造装置を用いて、光導波路基板を試作した例を比較例 1 に記載する。

【 0 0 2 7 】

(実施例 1)

直径 4 インチで厚さ 0.6 mm のシリコン製の円板状のシリコン基板 15 の外周の一部を平坦に削る。この平坦部を上にして、3 枚のシリコン基板 15 を試料台 16 上の溝に挿して等間隔に並べる。急激な温度変化で炉心管 18 が破損しないように 5℃/分の緩やかな昇温速度で、加熱炉 17 であるカンタルヒータ管状炉により、炉心管 18 を加熱する。炉心管 18 内が 500℃ に達したら、試料台 16 を挿入して炉心管 18 内部に載置した後、排気管 20 を有する蓋 19 で被う。炉心管 18 内が 1200℃ になるまでさらに昇温を続ける。

【 0 0 2 8 】

一方、気化器のヒータ 8 を 130℃ にして容器内の 50% 過酸化水素水を加熱する。同時に、ポンプ 4 を駆動し、容器内の 50% 過酸化水素水 9 の 1 L に対し、毎時 0.1 L の量の 15% の過酸化水素水 2 をタンク 3 から容器へ補給する。

【 0 0 2 9 】

炉心管 18 内が 1250℃ に達したら、ガス供給管 11 の開閉弁 12 を開く。すると、過酸化水素水 9 を加熱することにより気化した過酸化水素ガスの含有された水蒸気ガスが、ガス供給管 11 を経て炉心管 18 に流れ込む。炉心管 18 内で、過酸化水素ガスと水蒸気ガスとが熱分解して生じた活性な酸素により、シリコン基板 15 の表面シリコンが酸化され石英膜を形成する。過酸化水素ガスと水蒸気ガスとの供給を継続しながら、この温度で 10000 分維持して酸化する。その後、炉心管 18 を冷却する。同時に開閉弁 12 を閉鎖し、ヒータ 8 による加熱とポンプ 4 の駆動を停止する。試料台 16 を引き出すとシリコン基板 15 の両表面に、厚さ 15 μ m の石英膜が形成された光導波路基板を得る。

【 0 0 3 0 】

(比較例 1)

気化器の容器に入っている 50% 過酸化水素水に代えて純水を用いたことと、タンクから純水を供給したこと以外は実施例 1 と同様にして、光導波路基板を試

作した。実施例 1 で得た光導波路基板と同じ厚さの石英膜を形成するには 1 2 0 0 0 分を要した。

【 0 0 3 1 】

なお、実施例 1 に従ってシリコン基板の表面シリコンを酸化して形成された石英膜の厚さと、形成に要した酸化時間との関係を図 2 の実線に示す。また、比較例 1 に従って形成された石英膜の厚さと、酸化時間との関係を図 2 の破線に示す。図 2 での両者の比較から明らかなように、実施例 1 に従って酸化する方が比較例 1 に従って酸化するよりも酸化速度は速いため、所望の石英膜厚を得るための所要時間が短い。

【 0 0 3 2 】

次に、気化器のヒータの温度を種々変えたときの酸化速度の相違を明らかにするため、過酸化水素ガスの含有された水蒸気ガスを発生させてシリコン基板の表面シリコンを酸化した例を実施例 2 ～ 4 に示す。比較のために水蒸気のみを発生させてシリコン基板の表面シリコンを酸化した例を比較例 2 ～ 4 に示す。

【 0 0 3 3 】

(実施例 2 ～ 4)

酸化時間を 1 8 0 分としたことと、気化器のヒータの温度を 1 0 0 ℃、1 2 0 ℃、1 3 0 ℃にしたこと以外は、実施例 1 と同様にしてシリコン基板の表面シリコンを酸化した。シリコン基板に形成された石英膜厚を測定した結果を表 1 に示す。

【 0 0 3 4 】

(比較例 2 ～ 4)

酸化時間を 1 8 0 分としたことと、気化器内の過酸化水素水に代えて純水を用いヒータの温度を 1 0 0 ℃、1 2 0 ℃、1 3 0 ℃にしたことと、タンクから純水を供給したこと以外は、実施例 1 と同様にしてシリコン基板を酸化した。シリコン基板に形成された石英膜厚を測定した結果を表 1 に示す。

【 0 0 3 5 】

【表 1】

表 1

		ヒータの加熱温度 (℃)	気化器中の 過酸化水素水の 濃度 (%)	石英膜厚 (μ m)
実施例	2	1 0 0	5 0	1. 8 3
	3	1 2 0	5 0	1. 9 5
	4	1 3 0	5 0	2. 0 3
比較例	2	1 0 0	0	1. 8 0
	3	1 2 0	0	1. 8 0
	4	1 3 0	0	1. 8 1

【 0 0 3 6 】

表 1 の実施例 2 ～ 4 で示されたとおり過酸化水素水を用いて酸化したものは、酸化時間が一定ならば、ヒータの加熱温度が高いほど石英膜厚が厚くなっている。これに対し、比較例 2 ～ 4 で示されたとおり純水を用いて酸化したものは、ヒータの加熱温度の相違による石英膜厚の変化がほとんどなかった。表 1 での実施例 4 と比較例 4 との比較から明らかなように、酸化時間とヒータの加熱温度が一定ならば、純水のみを加熱して発生させた水蒸気で酸化する場合より、過酸化水素水を加温して発生させた過酸化水素ガスを含有する水蒸気ガスで酸化する方が酸化速度が速いため、得られる石英膜厚が厚い。

【 0 0 3 7 】

【発明の効果】

以上、詳細に説明したように本発明の製造装置を用いて光導波路基板を製造すると、効率よく酸化することができる。さらに光導波路基板の歩留まりがよい。製造には水蒸気ガスや過酸化水素ガスを用いているので安全性が高い。得られた光導波路基板は高品質であるので、この光導波路基板を用いて性能の優れた光導

波路デバイスを形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明を適用する光導波路基板の製造装置の概要図である。

【図 2】

シリコン基板の表面シリコンを酸化して形成された石英膜の厚さと、形成に要した酸化時間との関係を示すグラフである。

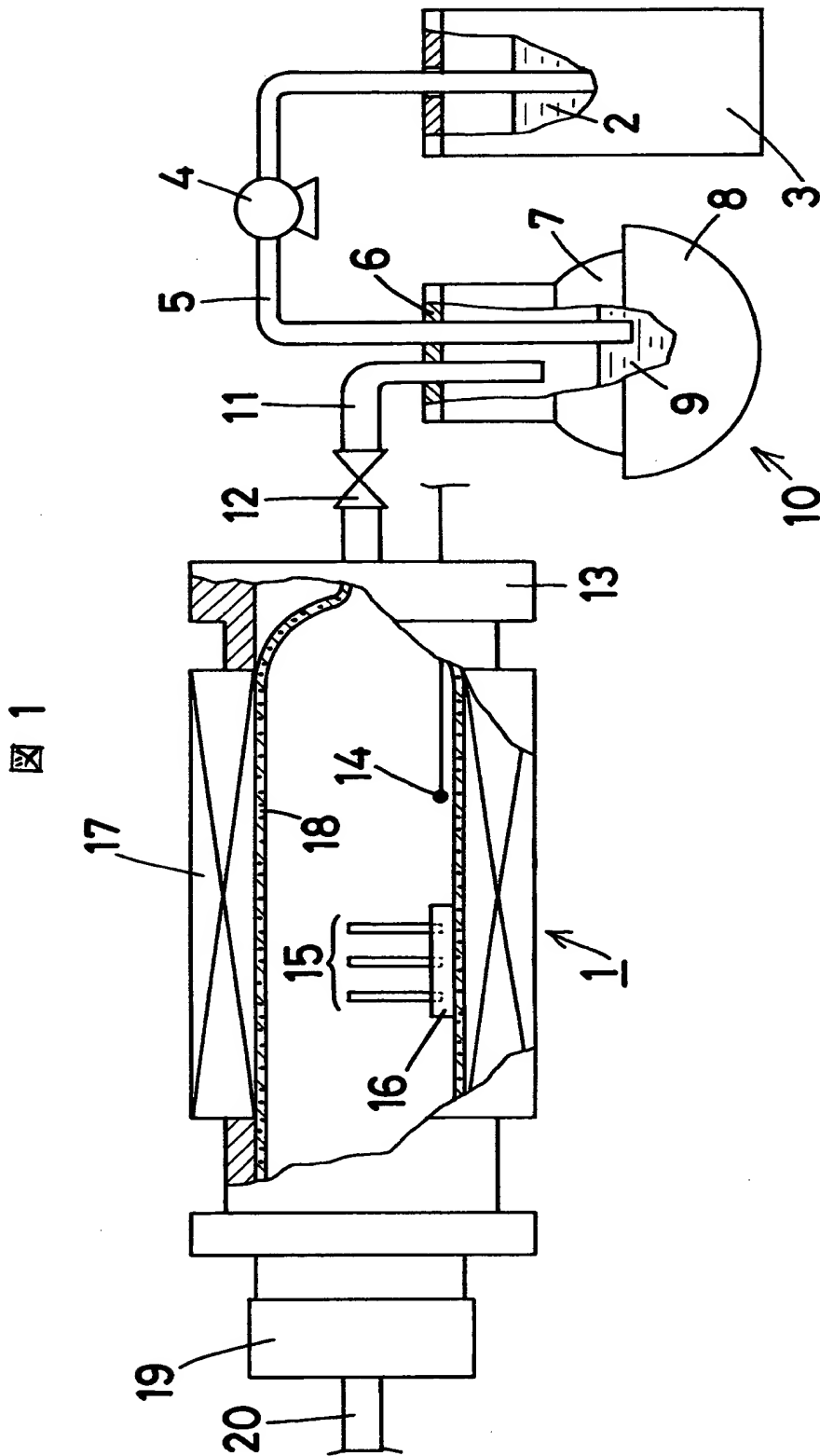
【符号の説明】

1 は光導波路基板の製造装置、2 は過酸化水素水、3 はタンク、4 はポンプ、5 は過酸化水素水補給管、6 は上蓋、7 は容器、8 はヒータ、9 は過酸化水素水、10 は気化器、11 はガス供給管、12 は開閉弁、13 は保護容器、14 は温度センサ、15 はシリコン基板、16 は試料台、17 は加熱炉、18 は炉心管、19 は蓋、20 は排気管である。

【書類名】

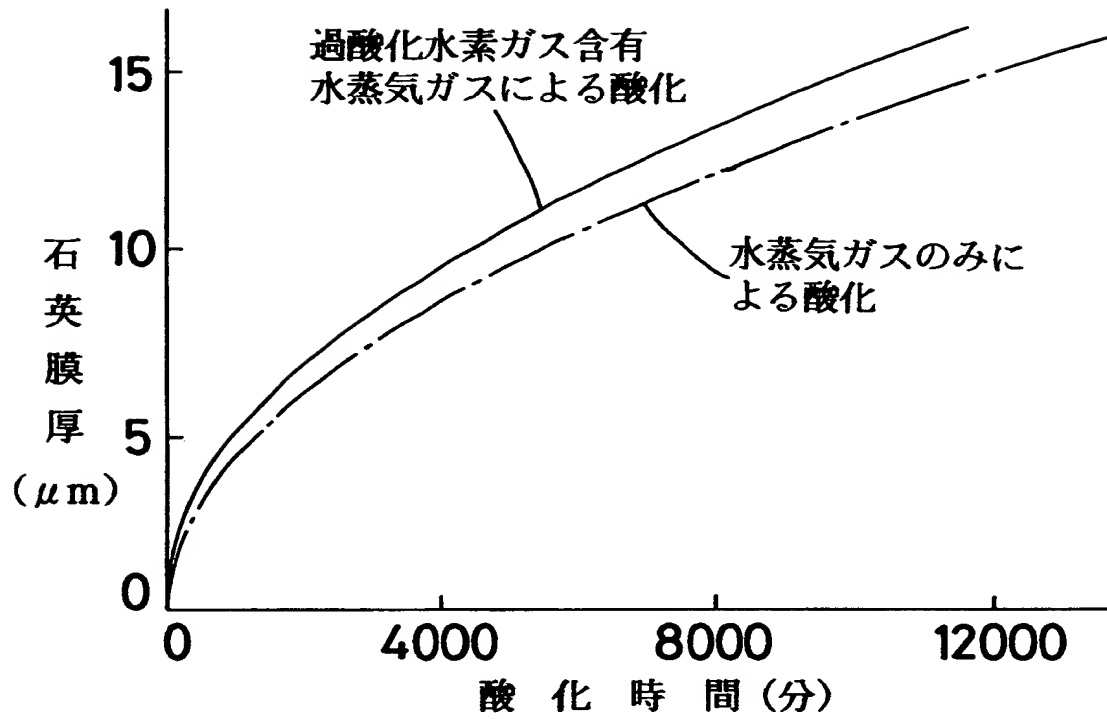
図面

【図 1】



【図2】

図 2



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

高温で水蒸気ガス雰囲気下にシリコン基板の表面を比較的厚く酸化して光導波路基板を製造する際、効率よく酸化するための光導波路基板の製造装置を提供する。

【解決手段】

光導波路基板の製造装置 1 は、石英膜を表面に形成するシリコン基板 1 5 が内部に載置されている炉心管 1 8 の外周に加熱炉 1 7 が配置され、シリコン基板 1 5 を酸化する酸化性ガスの供給管 1 1 と排気管 2 0 とが炉心管 1 8 に接続された光導波路基板の製造装置であって、過酸化水素水 9 を気化させて酸化性ガスを発生させる気化器 1 0 が、供給管 1 1 に繋がっている。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日	1990年 8月22日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区大手町二丁目6番1号
氏 名	信越化学工業株式会社